

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-337359

(43)公開日 平成5年(1993)12月21日

| (51)Int.Cl. ⁵ | 識別記号 | 庁内整理番号 | F I | 技術表示箇所 |
|--------------------------|------|---------|-----|--------|
| B 0 1 J 13/00 | A | 6345-4G | | |
| A 6 1 K 7/00 | J | 9164-4C | | |
| | C | 9164-4C | | |
| | N | 9164-4C | | |
| | H | 9164-4C | | |

審査請求 未請求 請求項の数5(全12頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平5-43479

(22)出願日 平成5年(1993)3月4日

(31)優先権主張番号 P 4 2 0 6 7 3 2. 4

(32)優先日 1992年3月4日

(33)優先権主張国 ドイツ(DE)

(71)出願人 390009368

テー ハー ゴルトシュミット アクチエ
ンゲゼルシャフト

TH. GOLDSCHMIDT AG

ドイツ連邦共和国 エッセン ゴルトシュ
ミットシュトラッセ 100

(72)発明者 ブルクハルト グリュニング

ドイツ連邦共和国 エッセン 1 ヴァル
トザウム 11

(72)発明者 クリスチャン ヴァイテマイヤー

ドイツ連邦共和国 エッセン 1 ズンダ
ーホルツ 67

(74)代理人 弁理士 矢野 敏雄 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 O/W/O型の液状又はペースト状の貯蔵安定性複エマルジョン

(57)【要約】

【目的】 O²が複エマルジョンの外側の相を形成し、
界面O¹/Wに親水性乳化剤及び界面W/O²に疎水性乳
化剤が存在する、O¹/W/O²型の液状又はペースト状
の貯蔵安定性複エマルジョンを提供する。

【構成】 該複エマルジョンは、疎水性乳化剤がHLB
値≤8を有し、かつ長鎖状の炭化水素基及びポリオキシ
アルキレン基を有するポリアクリル酸エステル又はSi
原子に結合した長鎖状のアルキル基を有するポリオキシ
アルキレンポリシロキサンであり、更に親水性乳化剤が
HLB値>8の非イオン性乳化剤であることよりなる。

【効果】 該エマルジョンは熱に安定である。

BEST AVAILABLE COPY

【特許請求の範囲】

【請求項1】 O^2 が複エマルジョンの外側の相を形成し、界面 O^1/W に親水性乳化剤及び界面 W/O^2 に疎水性乳化剤が存在する、 $O^1/W/O^2$ 型の液状又はペースト状の貯蔵安定性複エマルジョンにおいて、

(1) 疎水性乳化剤が、HLB値 ≤ 8 を有し、

a_1) 長鎖状の炭化水素基及びポリオキシアルキレン基を有するポリアクリル酸エステル又は

a_2) Si原子に結合した長鎖状のアルキレン基を有するポリオキシアルキレンポリシロキサンであり、

(2) 親水性乳化剤が、HLB値 > 8 の非イオン性乳化剤であることを特徴とする、 $O/W/O$ 型の液状又はペースト状の貯蔵安定性複エマルジョン。

【請求項2】 親水性乳化剤がHLB値 > 12 を有する、請求項1記載のエマルジョン。

【請求項3】 親水性乳化剤が、

b_1) モノ、オリゴ又はポリグリセリンの部分的な脂肪酸エステル、又は

b_2) 長鎖状の炭化水素基及びポリオキシアルキレン基を有するポリアクリル酸エステルである、請求項1又は2記載のエマルジョン。

【請求項4】 前記乳化剤 b_1)が、リシノール酸のポリオキシエチレンエステルである、請求項3記載のエマルジョン。

【請求項5】 前記乳化剤 b_1)が、脂肪酸のアルカリ金属塩の添加により自己乳化性である、請求項3又は4記載のエマルジョン。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、 O^2 が複エマルジョンの外側の相を形成し、界面 O^1/W に親水性乳化剤及び界面 W/O^2 に疎水性乳化剤が存在する、 $O^1/W/O^2$ 型の液状又はペースト状の貯蔵安定性複エマルジョンに関する。

【0002】

【従来の技術】 $O/W/O$ 型の複エマルジョンは、特に化粧品において、しかし又多数の工業的用途においても重要である。従って、例えば2つ以上の油溶性物質がエマルジョン中で、これらの物質の相互作用を阻止するために互いに分離して存在すべきである場合、又は内側の油相中で、例えば空気酸素から保護されるべき物質が溶解する場合、複エマルジョンの達成が目的とされる。

【0003】この型の化粧製剤は、ヨーロッパ特許第0391124号明細書に記載されている。該特許明細書の対象は、まず25℃で固体状の脂肪（全製剤に対して）1～30重量%及び親水性乳化剤0.01～5重量%を含有する油相を、水溶性の保湿剤を含有する水で O/W 型エマルジョンに転相し、次いで該 O/W 型エマルジョンを、連続的な外側の相を作る第2の油相と混合することにより得られ、その際、この外側の相は10～7

0重量%であり、25℃で液状の油であり、かつ疎水性乳化剤の0.5～10重量%を含有するエマルジョンである。従って、ヨーロッパ特許第0391124号明細書に記載された該複エマルジョンは、内側の相に室温で固体状の油成分が含有されている。このことによりエマルジョンのある程度の安定性が達成され、エマルジョンの非安定性の原因となる乳化剤の相互の離乳化及び／又は相互作用が防止される。

【0004】

10 【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の課題は、内側の油相 O^1 が液状で、かつ該複エマルジョンがその内側が油相であるにもかかわらず、高い貯蔵安定性を有する $O^1/W/O^2$ 型複エマルジョンを提供することであった。その際、貯蔵安定性という概念は、乳化剤に室温及び40℃で3か月間の貯蔵期間にわたり、分散状態の変化が認められないことと解される。

【0005】

【課題を解決するための手段】驚異的にも、本発明により、

20 (1) 疎水性乳化剤が、HLB値 ≤ 8 を有し、かつ
 a_1) 長鎖状の炭化水素基及びポリオキシアルキレン基を有するポリアクリル酸エステル又は

a_2) Si原子に結合した長鎖状のアルキル基を有するポリオキシアルキレンポリシロキサンであり、更に

(2) 親水性乳化剤が、HLB値 > 8 の非イオン性乳化剤であることにより、 O^2 が複エマルジョンの外側の相を形成し、界面 O^1/W に親水性乳化剤及び界面 W/O^2 に疎水性乳化剤が存在する $O^1/W/O^2$ 型の液状又はペースト状の貯蔵安定性複エマルジョンが得られることを
30 見出した。

【0006】HLB値の概念は、本発明によれば実験的に決定すべき比較値であるとみなされる。該概念は、例えば、W.C. Griffin "Classification of surface-active agents by HLB" in J. Soc. Cosmetic Chemists 1,3 11(1950), の文献に詳細に記載されている。

【0007】疎水性乳化剤：該乳化剤は、まずそのHLB値により特徴づけられる。該値は ≤ 8 、有利には ≤ 6 である。その際、疎水性乳化剤は、本発明によるポリマー化合物の2つの群：

40 a_1) 長鎖状の炭化水素基及びポリオキシアルキレン基を有するポリアクリル酸エステル、

a_2) Si原子に結合した長鎖状のアルキル基を有するポリオキシアルキレンポリシロキサンから選択される。

【0008】群 a_1)の疎水性乳化剤は、ドイツ国特許第3906702号明細書に記載されている。該乳化剤は、ラジカル重合により得られる、アルキル基が1～4個の炭素原子を有するポリアクリル酸アルキルエステルを、

50 a_1) 4～22個の炭素原子を有する飽和脂肪族アルコール、

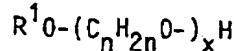
a 2 8~22個の炭素原子を有する不飽和脂肪族アルコール、

a 3 アルキル基がそれぞれ8~12個の炭素原子を有するか、又は1~3個のオキシエチレン及び／又はオキシプロピレン単位を有するオキシアルキル化生成物であるアルキルフェノールからなる群から選択されるアルコールと、

b) 一般式:

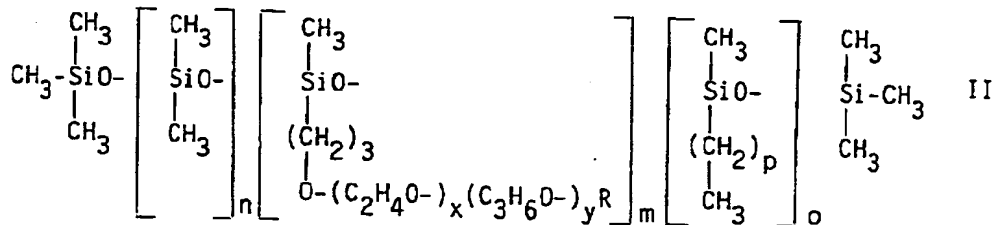
【0009】

【化1】



I

【0010】【式中、R¹は、出発アルコールR¹OHの炭化水素基であり、nは、2、3又は4であり、平均的なポリオキシアルキレン基中では平均値2~3を有し、xは、平均的なポリオキシアルキレン基中では平均値4~50を有する】のポリオキシアルキレンモノオールとの混合物（その際、a:bのモル比及びインデックスn及びxの値は、工程生成物がHLB値≤8を有し、エ*



【0014】【式中、Rは、低級アルキル基又は水素原子基であり、n=10~200、m=1~25、o=1~100、p=7~17及びx及びyは1~200の整数である】で表すことができる。

【0015】長鎖状のアルキル基の炭化水素鎖は、エーテル酸素により中断されていてもよい。このような化合物は、ヨーロッパ特許出願公開第0459705号明細書に記載されている。

【0016】界面O¹/Wに存在する親水性乳化剤は非イオン性であり、HLB値>8、有利には>12を有するべきであり、適当な非イオン性乳化剤は、脂肪族アルコール、部分的な脂肪酸エステル及びアルキルフェノールのポリオキシエチレンエーテル又は脂肪酸のポリオキシエチレンエステルである。

【0017】有利な非イオン性乳化剤は、リシノール脂肪酸のポリオキシエチレンエステルである。

【0018】もう1つの有利な親水性の非イオン性乳化剤は、

b₁) モノ、オリゴ又はポリグリセリンの部分的な脂肪酸エステル、又は

b₂) 長鎖状の炭化水素基及びポリオキシアルキレン基を有するポリアクリル酸エステルである。

【0019】b₁) 型の親水性乳化剤は、グリセリン又

* ステル基の70%までが置換される量で、70~160℃の温度で自体公知の置換触媒の存在下で、場合により溶剤の存在下で選択される）でエステル置換することにより得られる。

【0011】その際、当業者には、ポリアクリル酸エステルのHLB値が、アルコールa)の鎖長にも依存していることは自明である。

【0012】群a₂)の疎水性乳化剤は、米国特許第4532132号及び同第4698178号明細書から公知である。これらの明細書では、側鎖及び／又は末端基にポリエーテル基のような長鎖状のアルキル基を有する、主に線状のシロキサンが重要である。その際、該化合物のHLB値は、1つ以上のポリエーテル基の親水性、シロキサンの鎖長及び長鎖状のアルキル基の鎖長から得られる。その際、変性されたポリシロキサンは、以下の式:

【0013】

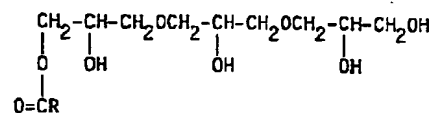
【化2】

は部分的なエステル、特にジ、トリ、テトラ又はペンタグリセリンのモノ又はモノ/ジエステルである。

【0020】トリグリセリンの部分的なモノ脂肪酸エステルは、例えば式:

【0021】

【化3】



【0022】【式中、基

【0023】

【化4】



【0024】は脂肪酸R-COOHのアシル基である】に相当する。

【0025】脂肪酸としては、特に12~18個の炭素原子の鎖長を有する飽和状の脂肪酸が該当する。

【0026】親水性乳化剤b₁)を所望のHLB値に調整するために、モノ、オリゴ又はポリグリセリンの部分的な脂肪酸エステルのOH基の1個以上に、酸化エチレンを適当な量で付加させることができる。

【0027】グリセリンの脂肪酸モノ又は脂肪酸モノ／ジエステルを使用すると、これらのHLB値は、10～18個の炭素原子を有する脂肪酸のアルカリ塩を添加することにより上昇させることができる。このような石鹼を含有する部分的なグリセリン脂肪酸エステルは、自己乳化可能である。

【0028】親水性乳化剤 b_1)は、構造的にはすでに記載した疎水性乳化剤 a_1)に相当するが、但し、要求されるHLB値 >8 をもたらしためには、オキシエチレン基のより高い含量を有する。HLB値のもう1つの影響は、シロキサン鎖の鎖長及び／又は長鎖状の炭化水素基の変更により生じる。

【0029】親水性及び疎水性乳化剤は、全製剤に対して0.5～5重量%の量で使用する。

【0030】複乳化ジョンは、自体公知の方法で製造する。まず、複乳化ジョンの内側の相、すなわち O^1 ／W型の乳化ジョンを製造する。その際、親水性乳化剤を水相中で溶解させ、次いで油を水相に攪拌混入する。但し、乳化剤を油相で分散させ、次いで水を攪拌混入することも可能である。得られた O^1 ／W型乳化ジョンは、場合により剪断力の作用で均質化してもよい。第2工程で、疎水性乳化剤を油相 O^2 で分散させる。該分散液に O^1 ／W型乳化ジョンを配合する。

【0031】作用物質、例えば、ビタミン、植物及び有機エキス、香料、製薬学的作用物質等は、乳化前に所望の相に溶解又は分散させる。

【0032】本発明による複乳化ジョンは、液状ないしはペースト状で数ヶ月にわたって貯蔵可能であるので市販可能である。本発明による乳化ジョンの特に有利な点は熱安定性にある。

【0033】

【実施例】次に本発明によるO／W／O型乳化ジョンの調製及び製造を以下の実施例につき詳細に説明する。

【0034】並びに、普及しているが、但し本発明によらない乳化剤を含有する、ひいては不十分な安定性を有する比較乳化ジョンを示す。

【0035】3元乳化ジョン型の構成は、製造方法の結果から2元特性を有する基準試料との比較により間接的に立証することができる。相応する乳化ジョンを同様に比較のために採用する。

【0036】1. 本発明による乳化ジョンと本発明によらない乳化ジョンの原則的な構成

1.1 2元比較乳化ジョンの組成

2元比較乳化ジョンI：外側の油相(O^2)が複乳化ジョンと同じ組成及び同じ重量割合を有するが、但し、内側の相としてO／W乳化ジョン(O^1 ／W)の代わりに水だけを含有する2元W／O型乳化ジョンである。3元比較乳化ジョンと2元の比較乳化ジョンは、ほぼ同等の粘度を有する、それというのも該粘度は、実質的に外側の油相(O^2)の重量の割合及び粘度

に依存するからである。

【0037】2元比較乳化ジョンII：パーセントによる組成は3元のものと同じであるが、しかし全部の油性成分(O^1 及び O^2)が外側の相に含有されている2元W／O乳化ジョンである。このことにより外側相の分散相に対する割合が、外側の相の方向に移行する。このことが結果として3元乳化ジョンに比べて低い粘度を生ぜしめる。

【0038】1.2 外側の油相(O^2)の組成

該相は、化粧品用のW／O型乳化ジョンに典型的な成分を含有する：天然又は合成の脂肪酸エステル、パラフィン油又は揮発性シリコン油形の化粧品用油；乳化ジョンを安定にするオレオゲルを形成することができるワックス、例えば微晶質の炭化水素(マイクロワックス)、蜜ろう又は硬化したひまし油(カストロワックス)；安定なW／O型乳化ジョンの製造に適した親油性乳化剤；これらは本発明によるポリマー特性を有する。

【0039】珪素有機コポリマー、ポリシロキサン／ポリセチル／ポリエチレングリコールコポリマー(EM90)は、式IIに相応し、以下のインデックス： $R=H$ 、 $n=50$ 、 $m=4$ 、 $o=21$ 、 $p=15$ 、 $x=10$ 、 $y=0$ を有する。誘導されたポリメチルアクリレート a_1) (PMAC-W／O)は、32個のアクリレート単位からなり、そのうち15個はメチル基、15個はオレイル基及び2個はメトキシポリエチレングリコール基(MG600)を結合している。

【0040】比較のために、普及しているが、但し本発明によらないW／O型乳化剤を使用した。

30 【0041】トリグリセリントリオレート(TGT O)、ソルビタンモノ／ジオレート(SMDO)、メチルグルコースジオレート(MGDO)。

【0042】1.3 分散相として作用するO／W型乳化ジョン(O^1 ／W)の構成

油相が植物油、例えば大豆油又はマツヨイグサ油ないしは市販の大豆レシチンからなる微細に分散したO／W乳化ジョンである。

40 【0043】水相は、乳化ジョンを安定化させる添加剤、例えば電解物質、塩化ナトリウム又は硫酸マグネシウム、及び水溶性の増量剤、ナトリウム－ポリアクリレート(Carbopol 1342)又はキサンタンガムを含有する。

【0044】使用した親水性乳化剤は、ステアリン酸カリウムで自己乳化させて調節した90%のグリセリンモノステアレート(GMS SE)、メチルグルコースモノ／ジステアレート(MGMS)、ポリエチレングリコール(60)ひまし油(RZ60)並びに親水性の誘導されたポリメチルアクリレート(PMAC-O／W)である。該物質は32個のアクリレート単位をベースとし、そのうち16個はメチル基、9個はステアリル基及

び7個はメトキシポリエチレングリコール基(MG600)を結合している。

【0045】1.4 3元O/W/O型及びW/O型比較エマルジョンの製造

外側の油相(O¹)の成分、すなわち油、ワックス及び乳化剤を、ワックスを溶解させるために約80℃に加熱した。引続き、いわゆる熱-冷法(Heiss-Kalt-Method)に相応して、温度が約20℃であるO/W型エマルジョン(O¹/W)ないしは水溶液(比較エマルジョン)を攪拌しながら配合した;その際、激しい剪断が必要である。

【0046】1.5 エマルジョン安定性試験

化粧品及び製薬学的なエマルジョン調製は、室温での安定性だけでなく、何ヶ月間にもわたる40℃での熱安定性が要求される。要求される-5℃までの低温安定性は容易に満足されるが、問題になるのはより低い温度である。実施した一連の実験のいくつかのエマルジョンは、安定性試験の範囲内で付加的に凍結/水解サイクルを3回行った。1回のサイクルは-15℃で24時間貯蔵し、引続き+20℃で24時間貯蔵するという内容である。

【0047】2. 調製の実施例

2.1 内側の相(O²)としてレシチンを有するO/W/O型エマルジョン

2.1.1 外側の油相は、乳化剤の他に天然の油及びワックスないしはこれらと共に使用した物質を含有する。

【0048】レシチンとしては、市販の大豆レシチンを使用し、乳化剤(GMS SE)及び強度な機械的加工(ローターステーターホモジナイザー)を用いて約60℃で非常に微細に分散するO/W型エマルジョン(O¹/W)に転相した。

【0049】W/O型乳化剤としては、本発明による珪素有機コポリマーEM90及び比較物質としてトリグリセリントリオレートを使用した。2元の基準試料では、レシチンが外側の油相(O²)中に存在した。

【0050】結果:レシチンをエマルジョン様に分散相に含有する、本発明によるポリマー乳化剤(例1及び2)をベースとするエマルジョンは安定である。3元構造の論拠は、レシチンを外側の油相に含有するエマルジョン(例3及び4)により間接的に示される。更に該エマルジョンは室温及び低温で安定であるにもかかわらず、40℃で非常に急速に分解する。本発明によるポリマー乳化剤の利点は、乳化剤としてトリグリセリントリオレートを含有する3元比較エマルジョン(例5及び6)により明らかである。該エマルジョンは熱に対しても低温に対しても安定である。

【0051】2.1.2 以下の製剤の外側の油相(O²)は、パラフィン油及び揮発性シリコン油を含有する。乳化剤は、本発明による親油性の誘導されたポリメ

チルアクリレート(PMAC-W/O)ないしは比較のためのメチルグルコースジオレートである。

【0052】結果:本発明によるポリマーの乳化剤は安定なエマルジョンを生じる(例7及び8)、一方メチルグルコースジオレートをを用いて製造したもの(例9及び10)は、熱にも低温にも不安定である。

【0053】2.2 内側の油相(O¹)として植物油を有するO/W/O型エマルジョン

2.2.1 外側の油相(O²)は、乳化剤、ワックス、パラフィン油ないしは天然又は合成の脂肪酸エステルからなる。乳化剤は、本発明による珪素有機コポリマー及び比較エマルジョン中ではトリグリセリントリオレートである。内側の相としては、非常に微細に分散した大豆油エマルジョンを使用した。該エマルジョンは親水性乳化剤1%をPEG60ひまし油の形で含有する。該乳化は、ペースト法、マヨネーズ製造の原理に相応する方法により行う。該方法は、比較的僅かな添加物が必要であるに過ぎないという利点を有する。油を乳化剤水溶液に強度な剪断力下で攪拌混入することを特徴する。

【0054】分散性の油相の高い含量(約80%)に起因してペースト状の特性を有し、自己形成する非常に微細に分散するエマルジョンを引続き水で希釈した。

【0055】結果:本発明による親油性コポリマーをベースとするエマルジョン(例11~14)は安定である。該3元構造は、2元の比較エマルジョン(例15及び16)により間接的に示される。該エマルジョンは例12~14の範囲に及ぶ該エマルジョンの組成に相応するが、これらとの相違点は大豆油が外側の油相(O²)に加えられていることである。その結果は明らかに低い粘度及び不十分な安定性を生じる。

【0056】トリグリセリントリオレートをを用いて製造した3元の比較エマルジョン(例17~18)は、20℃で安定にすぎず、熱及び低温負荷は分解の原因となる。該例においても本発明による製剤の利点は明らかである。

【0057】2.2.2 複エマルジョンの外側の油相(O²)は、乳化剤、ワックス、パラフィン油ないしは天然又は合成の脂肪酸エステルからなる。W/O型乳化剤としては、本発明による珪素有機コポリマー並びに比較のためにソルビタンセスキオレートをを使用した。

【0058】内側の相O¹/Wは、微細に分散したO/W型マツヨイグサ油エマルジョンからなる。O/W型乳化剤としては、親水性の誘導されたポリメチルアクリレート(PMAC-O/W)を使用した。乳化は、60℃でローターステーターホモジナイザーを用いて強度な機械的加工により実施した。該エマルジョンは複合した形にするための次の加工処理の前に20℃に冷却した。

2.2.1の一連の実験と異なり、O/W型乳化剤の用量は、より高く1%に代わり2%であった。

【0059】結果：本発明によるポリマーの乳化剤で製造した3元のエマルジョン（例21～23）は安定であったが、一方ソルビタンモノ/ジオレエートで形成した*
2.1.1 O/W/O型エマルジョン、レシチン

*ものは熱中で分解した。

【0060】

【表1】

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | % | % | % | % | % | % |
| TGTO | - | - | - | - | 3,0 | 3,0 |
| EM 90 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | - | - |
| 蜜ロウ | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,8 | 1,8 |
| カストロワックス | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 1,2 | 1,2 |
| アボカド油 | 12,0 | - | 12,0 | - | 11,0 | - |
| C _{8/10} -トリグリセリド | 12,0 | - | 12,0 | - | 11,0 | - |
| ホホバ油 | - | 12,0 | - | 12,0 | - | 11,0 |
| デシルオレエート | - | 12,0 | - | 12,0 | - | 11,0 |
| オクチルステアレート | - | - | - | - | - | - |
| 大豆レシチン | - | - | 2,5 | 2,5 | - | - |
| | (28,0) | (28,0) | (30,5) | (30,5) | (28,0) | (28,0) |
| 大豆レシチン | 2,5 | 2,5 | - | - | 2,5 | 2,5 |
| GMS SE | 0,8 | 0,8 | - | - | 0,8 | 0,8 |
| Carbopol 1342 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | - | - |
| キサンタンガム | - | - | - | - | 0,4 | 0,4 |
| 塩化ナトリウム | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | - | - |
| 硫酸マグネシウム | - | - | - | - | 0,4 | 0,4 |
| 水 | 68,0 | 68,0 | 68,8 | 68,8 | 67,9 | 67,9 |
| | (72,0) | (72,0) | (69,5) | (69,5) | (72,0) | (72,0) |

【0061】

【表2】

エマルジョンの安定性

| | 1日 /20°C | 3ヶ月 /20°C | 3ヶ月 /40°C | 3回 -15°C |
|-------|----------|-----------|-----------|----------|
| No. 1 | p, s | p, s | p, s | p, s |
| No. 2 | fp, s | fp, s | fp, s | fp, s |
| No. 3 | p, s | p, s | z | p, s |
| No. 4 | fp, s | fp, s | z | p, s |
| No. 5 | p, s | p, s | z | z |
| No. 6 | p, s | p, s | z | z |

注釈:

粘 度 / 稠 度

安定性

p =ペースト状

s =安定

fp =流動性、高粘度

z =分解、

f =液状、中ないし低粘度

油及び／又は水分離

【0062】

【表3】

2.2.1 O/W/O型エマルジョン、大豆油

| | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 |
|-----------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | % | % | % | % | % | % | % | % | % | % |
| EM 90 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | - | - | - | - |
| TGTO | - | - | - | - | - | - | 4,0 | 4,0 | 4,0 | 4,0 |
| 蜜ロウワックス | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,8 | 1,8 | 1,8 | 1,8 |
| カストロワックス | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,2 |
| パラフィン油 (30mPas) | 24,0 | - | - | - | - | - | 21,0 | - | - | - |
| オクチルスチアレート | - | 12,0 | - | - | 12,0 | - | - | 10,5 | - | - |
| Ca10-トリグリセリド | - | 12,0 | 12,0 | - | 12,0 | - | - | 10,5 | 10,5 | - |
| アボカド油 | - | - | 12,0 | - | - | - | - | - | 10,5 | - |
| ホホバ油 | - | - | - | 12,0 | - | 12,0 | - | - | - | 10,5 |
| デシロレート | - | - | - | 12,0 | - | 12,0 | - | - | - | 10,5 |
| 大豆油 | - | - | - | - | 10,0 | 10,0 | - | - | - | - |
| | (28,0) | (28,0) | (28,0) | (28,0) | (38,0) | (38,0) | (28,0) | (28,0) | (28,0) | (28,0) |
| RZ 60 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | - | - | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| 大豆油 | 10,0 | 10,0 | 10,0 | 10,0 | - | - | 10,0 | 10,0 | 10,0 | 10,0 |
| Carbopol 1342 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | 0,2 | - | - | - | - |
| キサンタンガム | - | - | - | - | - | - | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
| 塩化ナトリウム | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | - | - | - | - |
| 硫酸マグネシウム | - | - | - | - | - | - | 0,4 | 0,4 | 0,4 | 0,4 |
| 水 | 60,3 | 60,3 | 60,3 | 60,3 | 61,3 | 61,3 | 60,1 | 60,1 | 60,1 | 60,1 |
| | (72,0) | (72,0) | (72,0) | (72,0) | (62,0) | (62,0) | (72,0) | (72,0) | (72,0) | (72,0) |

| | 1日 /20°C | 3ヶ月/20°C | 3ヶ月/45°C | 5回 -15°C |
|--------|----------|----------|----------|----------|
| No. 11 | fp, s | fp, s | fp, s | fp, s |
| No. 12 | fp, s | fp, s | fp, s | fp, s |
| No. 13 | fp, s | fp, s | fp, s | fp, s |
| No. 14 | fp, s | fp, s | fp, s | fp, s |
| No. 15 | f, s | f, s | z | z |
| No. 16 | f, s | f, s | z | z |
| No. 17 | p, s | p, s | z | z |
| No. 18 | p, s | p, s | z | z |
| No. 19 | p, s | p, s | z | z |
| No. 20 | p, s | p, s | z | z |

【0065】

【表6】

2.2.2 O/W/O型エマルジョン、マツヨイグサ油

| | 21 | 22 | 23 | 24 | 25 |
|----------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | % | % | % | % | % |
| SMDO | - | - | - | 3,0 | 3,0 |
| EM 90 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | - | - |
| 蜜ロウワックス | 1,2 | 1,2 | 1,2 | 1,8 | 1,8 |
| カストロワックス | 0,8 | 0,8 | 0,8 | 1,2 | 1,2 |
| パラフィン油 (30mPas) | 24,0 | - | - | 22,0 | - |
| C _{8/10} -トリグリセリド | - | 12,0 | - | - | - |
| オクチルステアレート | - | 12,0 | - | - | - |
| ホホバ油 | - | - | 12,0 | - | 11,0 |
| デシロレエート | - | - | 12,0 | - | 11,0 |
| | (28,0) | (28,0) | (28,0) | (28,0) | (28,0) |
| PMAC-O/W | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |
| マツヨイグサ油 | 10,0 | 10,0 | 10,0 | 10,0 | 10,0 |
| 塩化ナトリウム | 0,5 | 0,5 | 0,5 | - | - |
| 硫酸マグネシウム | - | - | - | 0,4 | 0,4 |
| 水 | 59,5 | 59,5 | 59,5 | 59,6 | 59,6 |
| | (72,0) | (72,0) | (72,0) | (72,0) | (72,0) |

エマルジョンの安定性

| | 1日 /20°C | 3ヶ月/20°C | 3ヶ月/40°C |
|--------|----------|----------|----------|
| No. 21 | fp, s | fp, s | fp, s |
| No. 22 | p, s | p, s | p, s |
| No. 23 | p, s | p, s | p, s |
| No. 24 | p, s | p, s | z |
| No. 25 | p, s | z | z |

フロントページの続き

(51)Int.Cl.³

B01F 17/42

17/52

17/54

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

(72)発明者 ベーター ハーマイヤー
ドイツ連邦共和国 エッセン 1 ゼンペ
ルシュトラーク 5

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第2部門第1区分

【発行日】平成11年(1999)10月26日

【公開番号】特開平5-337359

【公開日】平成5年(1993)12月21日

【年通号数】公開特許公報5-3374

【出願番号】特願平5-43479

【国際特許分類第6版】

B01J 13/00

A61K 7/00

B01F 17/42

17/52

17/54

【F I】

B01J 13/00

A

A61K 7/00

J

C

N

H

B01F 17/42

17/52

17/54

【手続補正書】

【提出日】平成11年1月20日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】請求項1

【補正方法】変更

【補正内容】

【請求項1】 O^2 が複エマルジョンの外側の相を形成し、界面 O^1/W に親水性乳化剤及び界面 W/O^2 に疎水性乳化剤が存在する、 $O^1/W/O^2$ 型の液状又はペース

ト状の貯蔵安定性複エマルジョンにおいて、

(1) 疎水性乳化剤が、HLB値 ≤ 8 を有し、

a_1) 長鎖状の炭化水素基及びポリオキシアルキレン基を有するポリアクリル酸エステル又は

a_2) Si原子に結合した長鎖状のアルキル基を有するポリオキシアルキレンポリシロキサンであり、

(2) 親水性乳化剤が、HLB値 > 8 の非イオン性乳化剤であることを特徴とする、 $O/W/O$ 型の液状又はペースト状の貯蔵安定性複エマルジョン。